

25.12.03

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

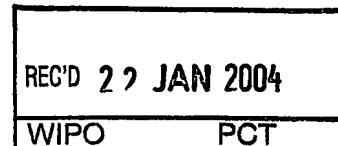
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 3月 12日

出願番号
Application Number: 特願2003-066409

[ST. 10/C]: [JP2003-066409]

出願人
Applicant(s): 帝人株式会社

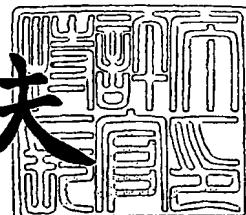


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月19日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願
【整理番号】 P36743
【提出日】 平成15年 3月12日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 D01F 6/62
C08G 63/82

【発明者】

【住所又は居所】 愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人ファイバー株式会
社 松山事業所内

【氏名】 益田 剛

【発明者】

【住所又は居所】 愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人ファイバー株式会
社 松山事業所内

【氏名】 吉村 三枝

【特許出願人】

【識別番号】 000003001

【氏名又は名称】 帝人株式会社

【代理人】

【識別番号】 100099678

【弁理士】

【氏名又は名称】 三原 秀子

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010250

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0203001

特願 2003-066409

ページ： 2/E

【プルーフの要否】 要

出証特 2003-3095792

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリエスチルフィラメント糸の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 コア一部形成用吐出孔を通して溶融吐出されたポリエスチルに、該吐出孔の周囲に間隔をおいて放射状に配置された複数のフィン部形成用スリット状吐出孔を通して溶融吐出された上記と同一のポリエスチルを溶融状態で接合し、冷却固化して、コア一部と、該コア一部の長さ方向に沿ってコア一部から放射状に突出した複数のフィン部とからなり、且つ下記(a)～(c)式の要件を同時に満足するポリエスチルフィラメントを得た後、該フィラメントをアルカリ減量処理して、フィン部の少くとも一部をコア一部から分離するに際し、該ポリエスチルに、チタン化合物成分とリン化合物とを含む触媒の存在下に芳香族ジカルボキシレートエスチルを重縮合して得られるポリエスチルを用い、該チタン化合物成分が下記一般式(I)で表されるチタンアルコキシド及び下記一般式(I)で表されるチタンアルコキシドと下記一般式(II)で表される芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させた生成物からなる群から選ばれた少なくとも一種を含む成分であり、該リン化合物が下記一般式(III)で表される化合物であり、チタンとリンの含有濃度が下記数式(1)及び(2)を同時に満足していることを特徴とするポリエスチルフィラメント糸の製造方法。

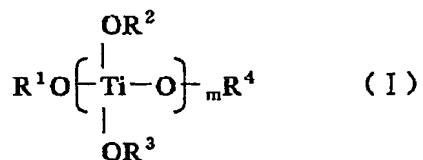
$$(a) 1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3$$

$$(b) 0.6 \leq L_B/D_A \leq 3.0$$

$$(c) W_B/D_A \leq 1/4$$

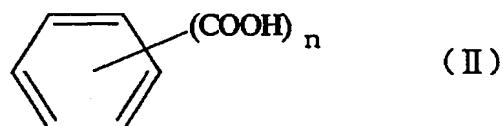
(S_A はコア一部の断面積、 D_A はコア一部の断面が真円のときはその直径また真円でないときはその外接円直径を表わし、また S_B 、 L_B および W_B はそれぞれフィン部の断面積、最大長さおよび最大幅を表わす。)

【化1】



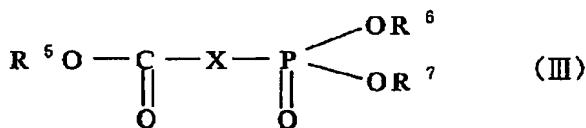
(上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 はそれぞれ同一若しくは異なって、アルキル基又はフェニル基を示し、 m は1～4の整数を示し、かつ m が2、3又は4の場合、2個、3個又は4個の R^2 及び R^3 は、それぞれ同一であっても異なっていてもどちらでもよい。)

【化2】



(上記式中、 n は2～4の整数を表わす)

【化3】



(上記式中、 R^5 、 R^6 及び R^7 は、同一又は異なって炭素数原子数1～4のアルキル基を示し、 X は、 $-\text{CH}_2-$ 又は $-\text{CH}(\text{Y})$ を示す(Y は、ベンゼン環を示す)。)

【数1】

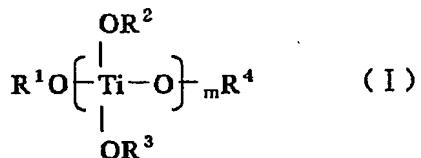
$$\begin{array}{l} 1 \leq \text{P/Ti} \leq 15 \\ 10 \leq \text{Ti+P} \leq 100 \end{array} \quad (1) \quad (2)$$

(ここで、 Ti はポリエステル中の、チタン元素のモル数の、全芳香族ジカルボン酸成分の総モル数に対する比(単位:ミリモル%)を表し、 P はポリエステル中の、リン元素のモル数の、全芳香族ジカルボン成分の総モル数に対する比(単位:ミリモル%)を表す。)

【請求項2】 芳香族ジカルボキシレートエステルが、チタン化合物成分を含む触媒の存在下で、芳香族ジカルボン酸のジアルキルエステルと脂肪族グリコールとのエステル交換反応により得られたジエステルであり、該チタン化合物成分が下記一般式(I)で表されるチタンアルコキシド及び下記一般式(I)で表

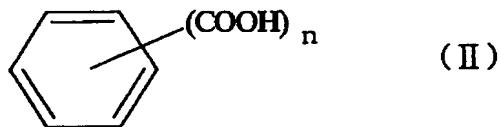
されるチタンアルコキシドと下記一般式 (II) で表される芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させた生成物からなる群から選ばれた少なくとも一種を含む成分である請求項1記載のポリエステルマルチフィラメント糸の製造方法。

【化4】



(上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 はそれぞれ同一若しくは異なって、アルキル基又はフェニル基を示し、 m は1～4の整数を示し、かつ m が2、3又は4の場合、2個、3個又は4個の R^2 及び R^3 は、それぞれ同一であっても異なっていてもどちらでもよい。)

【化5】



(上記式中、 n は2～4の整数を表わす)

【請求項3】 ポリエステルが、ポリエチレンテレフタレートである、請求項1または2記載のポリエステルフィラメント糸の製造方法。

【請求項4】 ポリエステルを吐出孔を通して溶融吐出するに先立って、下記式で表わされる相溶性パラメーター χ が0.1～2.0である化合物をポリエステル中に、ポリエステル全重量に対して0.5～5.0重量%含有せしめる請求項1～3のいずれかに記載のポリエステルフィラメント糸の製造方法。

$$\chi = (V_a / RT) (\delta a - \delta b)^2$$

(V_a はポリエステルのモル容積 (cm^3/mol)、 R は気体定数 ($\text{J}/\text{mol}\cdot\text{K}$)、 T は絶対温度 (K)、 δa および δb はそれぞれポリエステルおよび化合物の溶解度パラメーター ($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$) を表わす。)

【請求項5】 コア一部形成用吐出孔1個とフィン部形成用スリット状吐出孔3～6個とからなる吐出孔単位を少くとも一つ有する口金を用いて溶融紡糸する請求項1～4のいずれかに記載のポリエステルフィラメント糸の製造方法。

【請求項6】 下記式 (d) ~ (f) で表わされる要件を満足する口金を用いて溶融紡糸する請求項1~5のいずれかに記載のポリエステルフィラメント糸の製造方法。

$$(d) 1 \leq L'_{AB} / D'_{A} \leq 4$$

$$(e) 1/7 \leq W'_{B} / D'_{A} \leq 1/2$$

$$(f) 0.01 \text{ mm} \leq L'_{AB} \leq 0.2 \text{ mm}$$

(上式において、 D'_{A} はコア一部形成用吐出孔の断面が真円のときはその直径、また断面が真円でないときはその外接円の直径を表わし、 L'_{AB} および W'_{B} はそれぞれフィン部形成用のスリット状吐出孔の最大長さおよび最大幅を表わし、 L'_{AB} はコア一部形成用の吐出孔とフィン部形成用吐出孔との最短距離を表わす。)

【請求項7】 フィラメントを濃度10~100g/1のアルカリ水溶液と40~180℃において接触せしめて、フィラメント重量の10~40重量%を低減せしめる請求項1~6のいずれかに記載のポリエステルフィラメント糸の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、特殊ポリエステルフィラメント糸の製造方法に関する。さらに詳しくは、アルカリ減量処理によりコア一部とフィン部が分離されて、フィラメント内に大きな空隙が形成されるポリエステルフィラメント糸を安定して製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

ポリエステルフィラメント糸、特にポリエチレンテレフタレートマルチフィラメント糸は、衣料素材として広く用いられているが、緻密な繊維構造を有しているために、風合が硬いえ、ふくらみが乏しいという欠点を有している。

【0003】

このような欠点を改良するため、特許文献1および2には、ボデー部から分離

されたウイング部を持ち、該ウイング部の一部が破断して形成された自由突出纖維端によって特徴付けられる嵩高フィラメントおよび該フィラメントが製造可能な開裂性フィラメントが開示されている。

【0004】

しかしながら、上記開裂性フィラメントは、単一の吐出孔からポリマーを吐出して形成されたものであるため、ボデー部とウイング部が完全に一体化しており、両者の境界での分離が極めて困難である。そのため、ウイング部の分離および破断手段として、高圧の圧空流を用いた流体ノズル処理など、多大のエネルギー移動が起こるような物理的手段を採用せざるを得なかった。しかも、上記のような物理的手段によって分離されたウイング部は、その半数以上が破断またはフィブリル化されて自由突出纖維端を形成するため、その外観は、あたかも毛羽によって特徴付けられる紡績糸様であり、織編物とした場合に均整性に欠けるという欠点を有していた。

【0005】

かかる課題に対し特許文献3には、コア一部と、該コア一部の長さ方向に添つてコア一部から放射状に突き出した複数のフィン部とを有する纖維断面とし、その際、コア一部とフィン部の大きさがある特定の関係にあるような高度に異型化された纖維断面形状とすることによって、これをアルカリ減量処理して、嵩高で柔らかい風合いを呈し、均整性な外観を有する織編物が得られることが提案されている。

【0006】

しかしながら、ポリエステル、特にポリエチレンテレフタレートの溶融紡糸においては、紡糸時間の経過と共に、紡糸口金吐出孔周辺に異物（以下、単に口金異物と称する場合もある）が発現し、付着・堆積し、溶融ポリマーの正常な流れを阻害し、吐出糸条の屈曲、ピクツキ、旋回等（以下、単に異常吐出現象と称する場合もある）が進行し、ついには吐出ポリマー糸条が紡糸口金面に付着して断糸するという現象が起こることが知られている。

【0007】

特に、前述のような高度に異型化された纖維断面を得ようとした場合、その口

金吐出孔形状も複雑なものとなり、該口金異物が溶融ポリマー吐出状態に及ぼす影響が大きく、短時間の間に、異常吐出現象が発生することが多くなる。このような異常吐出現象が起こると、紡糸運転に支障をきたすといった問題がある。また、例え、紡糸ができたとしても、冷却・固化の過程で纖維構造斑が発生し、得られたポリエステル未延伸糸は品質斑（延伸時の毛羽、断糸発生など）を内在したものとなる。

【0008】

このような口金異物の付着・堆積原因は、ポリエステル中に存在するアンチモンに起因することが知られているが、そのアンチモンは、ポリエステル、特にポリエチレンテレフタレートの触媒として、優れた重縮合触媒性能を有する、また色調の良好なポリエステルが得られるなどの理由から、実際に最も広く使用されている。したがって、通常のポリエステルの溶融紡糸においては、紡糸口金吐出孔周辺に付着・堆積した口金異物を拭き取る為に、紡糸引き取り操作を一定間隔で中断せねばならず、この頻度が高くなるほど生産性を大きく低下させてしまうという問題がある。

【0009】

【特許文献1】

特公平1-12487号公報

【特許文献2】

特公平1-16922号公報

【特許文献3】

特許第3076372号公報

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記従来技術を背景になされたもので、その目的は、嵩高で柔らかい風合いを呈し、均整性な外観を有する織編物が得られるポリエステルフィラメント糸を安定して製造する方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記課題を解決するため銳意研究したところ、ポリエステルの重縮合触媒を適正化することにより、上記のように高度に異形化されたポリエステルフィラメントを安定して製造できることを見出した。

【0012】

かくして、本発明によれば、コア一部形成用吐出孔を通して溶融吐出されたポリエステルに、該吐出孔の周囲に間隔をおいて放射状に配置された複数のフィン部形成用スリット状吐出孔を通して溶融吐出された上記と同一のポリエステルを溶融状態で接合し、冷却固化して、コア一部と、該コア一部の長さ方向に沿ってコア一部から放射状に突出した複数のフィン部とからなり、且つ下記(a)～(c)式の要件を同時に満足するポリエステルフィラメントを得た後、該フィラメントをアルカリ減量処理して、フィン部の少くとも一部をコア一部から分離するに際し、該ポリエステルに、チタン化合物成分とリン化合物とを含む触媒の存在下に芳香族ジカルボキシレートエステルを重縮合して得られるポリエステルを行い、該チタン化合物成分が下記一般式(I)で表されるチタンアルコキシド及び下記一般式(I)で表されるチタンアルコキシドと下記一般式(II)で表される芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させた生成物からなる群から選ばれた少なくとも一種を含む成分であり、該リン化合物が下記一般式(III)で表される化合物であり、チタンとリンの含有濃度が下記数式(1)及び(2)を同時に満足していることを特徴とするポリエステルフィラメント糸の製造方法が提供される。

$$(a) 1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3$$

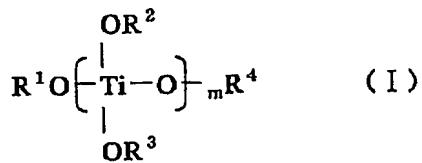
$$(b) 0.6 \leq L_B/D_A \leq 3.0$$

$$(c) W_B/D_A \leq 1/4$$

(S_A はコア一部の断面積、 D_A はコア一部の断面が真円のときはその直径また真円でないときはその外接円直径を表わし、また S_B 、 L_B および W_B はそれぞれフィン部の断面積、最大長さおよび最大幅を表わす。)

【0013】

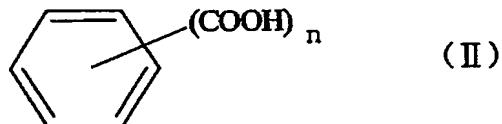
【化6】



(上記式中、R¹、R²、R³及びR⁴はそれぞれ同一若しくは異なって、アルキル基又はフェニル基を示し、mは1～4の整数を示し、かつmが2、3又は4の場合、2個、3個又は4個のR²及びR³は、それぞれ同一であっても異なっていてもどちらでもよい。)

【0014】

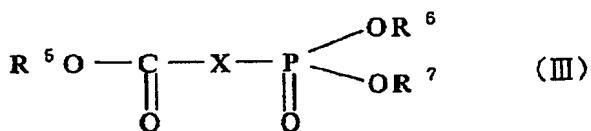
【化7】



(上記式中、nは2～4の整数を表わす)

【0015】

【化8】



(上記式中、R⁵、R⁶及びR⁷は、同一又は異なって炭素数原子数1～4のアルキル基を示し、Xは、-CH₂-又は-CH(Y)を示す(Yは、ベンゼン環を示す)。)

【0016】

【数2】

$$\begin{array}{lcl} 1 & \leq & \text{P}/\text{Ti} \leq 15 \\ 10 & \leq & \text{Ti} + \text{P} \leq 100 \end{array} \quad (1) \quad (2)$$

(ここで、Tiはポリエステル中の、チタン元素のモル数の、全芳香族ジカルボン酸成分の総モル数に対する比(単位:ミリモル%)を表し、Pはポリエステル中の、リン元素のモル数の、全芳香族ジカルボン成分の総モル数に対する比(単位:ミリモル%)を表す。)

【0017】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明は、コア一部形成用吐出孔を通して溶融吐出されたポリエステルに、該吐出孔の周囲に間隔をおいて放射状に配置された複数のフィン部形成用スリット状吐出孔を通して溶融吐出された上記と同一のポリエステルを溶融状態で接合し、冷却固化して、コア一部と、該コア一部の長さ方向に沿ってコア一部から放射状に突出した複数のフィン部とからなるポリエステルフィラメントを得た後、該フィラメントをアルカリ減量処理して、フィン部の少くとも一部をコア一部から分離するポリエステルフィラメント糸の製造方法である。

【0018】

図1には上記ポリエステルフィラメントの断面の一例を示すが、本発明においては該図に示すように、コア一部の断面積および直径（コア一部が真円でないときは外接円直径）をそれぞれ S_A および D_A 、また各フィン部の断面積、最大長さおよび最大幅をそれぞれ S_B 、 L_B および W_B とするとき、下記（a）～（c）の要件を同時に満足することが必要である。

- （a） $1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3$
- （b） $0.6 \leq L_B/D_A \leq 3.0$
- （c） $W_B/D_A \leq 1/4$

ここで、 $1/20 > S_B/S_A$ または $1/3 < S_B/S_A$ の場合、すなわち、その断面積がコア一部の断面積の $1/20$ より小さいか、または $1/3$ より大きいフィン部が存在する場合は、フィラメントの嵩高性が低下する。

【0019】

また、 $0.6 > L_B/D_A$ の場合、すなわちその最大長さがコア一部の直径の0.6倍未満のフィン部が存在する場合、フィラメントの嵩高性が低下し、一方、 $3.0 < L_B/D_A$ の場合、すなわち、その最大長さがコア一部の直径の3.0倍を超えるフィン部が存在する場合は、フィン部の折れ曲がりが発生し、粗硬な風合しか得られない。

【0020】

さらに、 $W_B/D_A > 1/4$ の場合、すなわちその最大幅がコア一部の直径の1

／4より大きいフィン部が存在する場合は、アルカリ減量処理によるフィン部の分解が困難になる。

【0021】

上記フィン部の最大幅は、小さい程アルカリ減量処理によるフィンの分離が起こり易いが、あまり小さくなり過ぎると、フィン部の折れ曲がりが発生するので、 W_B/D_A の最小値は1／8程度に止めることが好ましい。

【0022】

フィラメント糸のコア一部とフィン部のディメンジョンについて具体的に説明すると、フィン部のデニールは好ましくは0.9 dtex以下、より好ましくは0.7 dtex以下である。フィン部のデニールが過大であると、分割フィン部による極細タッチは得られず、フィン部面積が大きくなれば、分割によるドレープ性も劣る。コア部の織度は1 dtex以上5 dtex以下が好ましい。コアの織度が5 dtexを越えると、フィン部とコア一部が分割されても十分なソフト感は得られず、織編物の風合が硬くなる傾向にある。また、織度が1 dtex未満では、シャープな形状のマルチローバル断面を有していても、お互いの充填作用が高まり、効果的に大きな空隙を得難くなる傾向にある。

【0023】

本発明においては、本発明に用いるポリエステルが、チタン化合物成分とリン化合物とを含む触媒の存在下に芳香族ジカルボキシレートエステルを重縮合して得られるポリエステルであり、該チタン化合物成分が下記一般式（I）で表されるチタンアルコキシド及び下記一般式（I）で表されるチタンアルコキシドと下記一般式（II）で表される芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させた生成物からなる群から選ばれた少なくとも一種を含む成分であり、該リン化合物が後述する一般式（III）で表される化合物であることが肝要である。これにより、上記のように高度に異形化され、嵩高で柔らかい風合いを呈し、均整性な外観を有する織編物が得られる本発明のポリエステルフィラメント糸を安定して製造することができる。

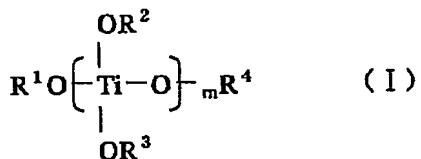
【0024】

この本発明で用いられる、重縮合反応に触媒として用いられるチタン化合物成

分は、最終製品の触媒に起因する異物を低減する観点から、ポリマー中に可溶なチタン化合物であることが必要であり、該チタン化合物成分としては、下記一般式（I）で表される化合物、若しくは一般式（II）で表される化合物と下記一般式（II）で表される芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させた生成物である必要がある。

【0025】

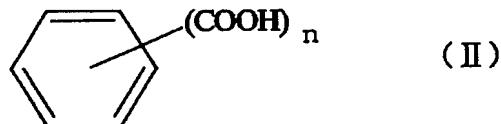
【化9】



（上記式中、R¹、R²、R³及びR⁴はそれぞれ同一若しくは異なって、アルキル基又はフェニル基を示し、mは1～4の整数を示し、かつmが2、3又は4の場合、2個、3個又は4個のR²及びR³は、それぞれ同一であっても異なっていてもどちらでもよい。）

【0026】

【化10】



（上記式中、nは2～4の整数を表わす）

【0027】

ここで、一般式（I）で表されるチタンアルコキシドとしては、具体的にはテトライソプロポキシチタン、テトラプロポキシチタン、テトラ-n-ブトキシチタン、テトラエトキシチタン、テトラフェノキシチタン、オクタアルキルトリチタネート、及びヘキサアルキルジチタネートなどが好ましく用いられる。

【0028】

また、本発明の該チタンアルコキシドと反応させる一般式（II）で表される芳香族多価カルボン酸又はその無水物としては、フタル酸、トリメリット酸、ヘミメリット酸、ピロメリット酸及びこれらの無水物が好ましく用いられる。

[0 0 2 9]

上記チタンアルコキシドと芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させる場合には、溶媒に芳香族多価カルボン酸又はその無水物の一部または全部を溶解し、この混合液にチタンアルコキシドを滴下し、0～200℃の温度で少なくとも30分間、好ましくは30～150℃の温度で40～90分間加熱することによって行われる。この際の反応圧力については特に制限はなく、常圧で十分である。なお、芳香族多価カルボン酸またはその無水物を溶解させる溶媒としては、エタノール、エチレングリコール、トリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、ベンゼン及びキシレン等から所望に応じていずれを用いることができる。

[0 0 3 0]

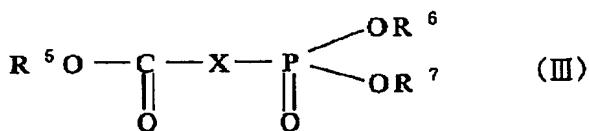
ここで、チタンアルコキシドと芳香族多価カルボン酸またはその無水物との反応モル比には特に限定はないが、チタンアルコキシドの割合が高すぎると、得られるポリエステルの色調が悪化したり、軟化点が低下したりすることがあり、逆にチタンアルコキシドの割合が低すぎると重縮合反応が進みにくくなることがある。このため、チタンアルコキシドと芳香族多価カルボン酸又はその無水物との反応モル比は、2／1～2／5の範囲内とすることが好ましい。

[0 0 3 1]

本発明で用いられる重縮合用の触媒系は、上記のチタン化合物成分と、下記一般式 (III) により表されるリン化合物とを含むものであり、両者の未反応混合物から実質的になるものである。

[0 0 3 2]

【化 1 1】



(上記式中、R⁵、R⁶及びR⁷は、同一又は異なって炭素数原子数1～4のアルキル基を示し、Xは、-CH₂-又は-CH(Y)を示す(Yは、ベンゼン環を示す。)。)

【0 0 3 3】

上記一般式（III）のリン化合物（ホスホネート化合物）としては、カルボメトキシメタンホスホン酸、カルボエトキシメタンホスホン酸、カルボプロポキシメタンホスホン酸、カルボブトキシメタンホスホン酸、カルボメトキシフェニルメタンホスホン酸、カルボエトキシフェニルメタンホスホン酸、カルボプロトキシフェニルメタンホスホン酸、カルボブトキシフェニルメタンホスホン酸等のホスホン酸誘導体のジメチルエステル類、ジエチルエステル類、ジプロピルエステル類、ジブチルエステル類等から選ばれることが好ましい。

【0034】

上記のホスホネート化合物は、通常安定剤として使用されるリン化合物に比較して、チタン化合物との反応が比較的緩やかに進行するので、反応中における、チタン化合物の触媒活性持続時間が長く、結果として該チタン化合物のポリエステルへの添加量を少なくすることができる。また、一般式（III）のリン化合物を含む触媒系に多量に安定剤を添加しても、得られるポリエステルの熱安定性を低下させることなく、その色調を不良化することが無い。

【0035】

本発明では、上記のチタン化合物成分とリン化合物とを含む触媒が、下記数式（1）及び（2）を同時に満足するものである必要がある。

【0036】

【数3】

$$\begin{array}{l} 1 \leq P/T_i \leq 15 \\ 10 \leq T_i + P \leq 100 \end{array} \quad \begin{array}{l} (1) \\ (2) \end{array}$$

（ここで、 T_i はポリエステル中の、チタン元素のモル数の、全芳香族ジカルボン酸成分の総モル数に対する比（単位：ミリモル%）を表し、 P はポリエステル中の、リン元素のモル数の、全芳香族ジカルボン成分の総モル数に対する比（単位：ミリモル%）を表す。）

【0037】

ここで、 (P/T_i) は 1 以上 15 以下であるが、2 以上 15 以下であることが好ましく、さらには 10 以下であることが好ましい。この (P/T_i) が 1 未満の場合、ポリエステルの色相が黄味を帯びたものであり、好ましくない。また、 (P/T_i) が 15 を越えるとポリエステルの重縮合反応性が大幅に低下し、

目的とするポリエステルを得ることが困難となる。この（P/Ti）の適正範囲は通常の金属触媒系よりも狭いことが特徴的であるが、適正範囲にある場合、本発明のような従来にない効果を得ることができる。

【0038】

一方、（Ti+P）は10以上100以下であるが、20以上70以下であることがより好ましい。（Ti+P）が10に満たない場合は、製糸プロセスにおける生産性が大きく低下し、満足な性能が得られなくなる。また、（Ti+P）が100を越える場合には、触媒に起因する異物が少量ではあるが発生し好ましくない。

【0039】

上記式中、Tiの量としては2～15ミリモル%程度が適当である。本発明で用いられているポリエステルポリマーは、上記のチタン化合物成分とリン化合物とを含む触媒の存在下に芳香族ジカルボキシレートエステルを重縮合して得られるポリマーであるが、本発明においては、芳香族ジカルボキシレートエステルが、芳香族ジカルボン酸と脂肪族グリコールからなるジエステルであることが好ましい。

【0040】

ここで芳香族ジカルボン酸としては、テレフタル酸を主とすることが好ましい。より具体的には、テレフタル酸が全芳香族ジカルボン酸を基準として70モル%以上を占めていることが好ましく、さらには該テレフタル酸は、全芳香族ジカルボン酸を基準として80モル%以上を占めていることが好ましい。ここでテレフタル酸以外の好ましい芳香族ジカルボン酸としては、例えば、フタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、ジフェニルジカルボン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸等を挙げることができる。

【0041】

もう一方の脂肪族グリコールとしては、アルキレングリコールであることが好ましく、例えば、エチレングリコール、トリメチレングリコール、プロピレングリコール、テトラメチレングリコール、ネオペンチルグリコール、ヘキサンメチレングリコール、ドデカメチレングリコールを用いることができるが、特にエチ

レングリコールであることが好ましい。

【0042】

本発明ではポリエステルが、ポリエチレンテレフタレートであることが特に好ましい。ここでポリエステルが、テレフタル酸とエチレングリコールからなるエチレンテレフタレートを主たる繰り返し単位とするポリエステルであることも好ましい。ここで「主たる」とは該エチレンテレフタレート繰り返し単位がポリエステル中の全繰り返し単位を基準として70モル%以上を占めていることをいう。

【0043】

また本発明で用いるポリエステルは、芳香族ジカルボン酸と脂肪族グリコールからなる主たる繰り返し単位以外に、酸成分またはジオール成分としてポリエステルを構成する成分を共重合した、共重合ポリエステルとしてもよい。

【0044】

共重合する成分としては、酸成分として、上記の芳香族ジカルボン酸はもちろん、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸、デカンジカルボン酸などの脂肪族ジカルボン酸、シクロヘキサンジカルボン酸などの脂環式ジカルボン酸などの二官能性カルボン酸成分又はそのエステル形成性誘導体を原料として使用することができる。また、共重合するジオール成分としては上記の脂肪族ジオールはもちろん、シクロヘキサンジメタノールなどの脂環式グリコール、ビスフェノール、ハイドロキノン、2,2-ビス(4- β -ヒドロキシエトキシフェニル)プロパン類などの芳香族ジオールなどを原料として使用することができる。

【0045】

さらに、トリメシン酸、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、トリメチロールメタン、ペンタエリスリトールなどの多官能性化合物を原料として共重合させ使用することができる。

これらは一種を単独で用いてもよいし、二種以上を併用してもよい。

【0046】

本発明においては、上記のような芳香族ジカルボン酸と脂肪族グリコールからなる芳香族ジカルボキシレートエステルが用いられるが、この芳香族ジカルボキ

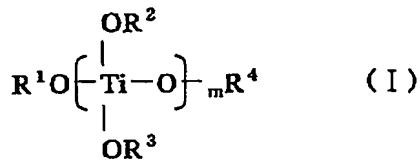
シレートエステルは、芳香族ジカルボン酸と脂肪族グリコールとのジエステル化反応により得ることもできるし、あるいは芳香族ジカルボン酸のジアルキルエステルと脂肪族グリコールとのエステル交換反応により得ることもできる。ただし、芳香族ジカルボン酸のジアルキルエステルを原料とし、エステル交換反応を経由する方法とした方が、芳香族ジカルボン酸を原料としジエステル化反応させる方法に比較し、重縮合反応中に安定剤として添加したリン化合物の飛散が少ないという利点がある。

【0047】

さらに、チタン化合物の一部及び／又は全量をエステル交換反応開始前に添加し、エステル交換反応触媒と重縮合反応触媒との二つの触媒として兼用させることが好ましい。このようにすることにより、最終的にポリエステル中のチタン化合物の含有量を低減することができる。ポリエチレンテレフタートの例で、さらに具体的に述べると、テレフタル酸を主とする芳香族ジカルボン酸のジアルキルエステルとエチレングリコールとのエステル交換反応を、下記一般式（I）で表されるチタンアルコキシド、及び下記一般式（I）で表されるチタンアルコキシドと下記一般式（II）で表される芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させた生成物からなる群から選ばれた少なくとも1種を含むチタン化合物成分の存在下に行い、このエステル交換反応により得られた、芳香族ジカルボン酸とエチレングリコールとのジエステルを含有する反応混合物に、更に下記一般式（III）により表されるリン化合物を添加し、これらの存在下に重縮合することが好ましい。

【0048】

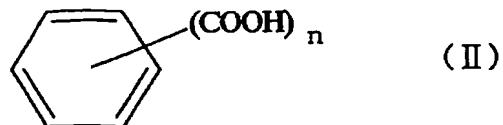
【化12】



（上記式中、R¹、R²、R³及びR⁴はそれぞれ同一若しくは異なって、アルキル基又はフェニル基を示し、mは1～4の整数を示し、かつmが2、3又は4の場合、2個、3個又は4個のR²及びR³は、それぞれ同一であっても異なっていてもどちらでもよい。）

【0049】

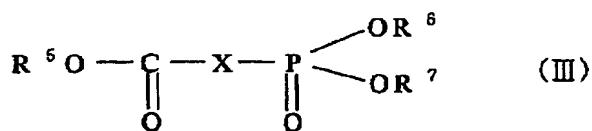
【化13】



(上記式中、nは2～4の整数を表わす)

【0050】

【化14】

(上記式中、R⁵、R⁶及びR⁷は、同一又は異なって炭素数原子数1～4のアルキル基を示し、Xは、-CH₂-又は-CH(Y)を示す(Yは、ベンゼン環を示す。)。)

【0051】

なお、該エステル交換反応を行う場合には通常は常圧下で実施されるが、0.05～0.20 MPaの加圧下に実施すると、チタン化合物成分の触媒作用による反応が更に促進され、かつ副生物のジエチレングリコールが大量に発生することもないので、熱安定性などの特性が更に良好なものとなる。温度としては160～260℃が好ましい。

【0052】

また、本発明において、芳香族ジカルボン酸がテレフタル酸である場合には、ポリエステルの出発原料としてテレフタル酸及びテレフタル酸ジメチルが用いられるが、その場合にはポリアルキレンテレフタレートを解重合することによって得られた回収テレフタル酸ジメチル又はこれを加水分解して得られる回収テレフタル酸を、ポリエステルを構成する全酸成分を基準として70重量%以上使用することもできる。この場合、前記ポリアルキレンテレフタレートは、ポリエチレンテレフタレートであることが好ましく、特に回収されたPETボトル、回収された繊維製品、回収されたポリエスチルフィルム製品、さらには、これら製品の

製造工程において発生するポリマー屑などをポリエステル製造用原料源とする再生ポリエステルを用いることは、資源の有効活用の観点から好ましいことである。

【0053】

ここで、回収ポリアルキレンテレフタレートを解重合してテレフタル酸ジメチルを得る方法には特に制限はなく、従来公知の方法をいずれも採用することができる。また、上記、回収された、テレフタル酸ジメチルからテレフタル酸を回収する方法にも特に制限はなく、従来方法のいずれを用いてもよい。テレフタル酸に含まれる不純物については、4-カルボキシベンズアルデヒド、パラトルイル酸、安息香酸及びヒドロキシテレフタル酸ジメチルの含有量が、合計で1 ppm以下であることが好ましい。また、テレフタル酸モノメチルの含有量が、1～5000 ppmの範囲にあることが好ましい。回収されたテレフタル酸と、アルキレングリコールとを直接エステル化反応させ、得られたエステルを重縮合することによりポリエステルを製造することができる。

本発明では、ポリエステルが上記のような再生ポリエステルであることがより好ましい。

【0054】

本発明で用いるポリエステルは、必要に応じて少量の添加剤、例えば滑剤、顔料、染料、酸化防止剤、固相重合促進剤、蛍光増白剤、帯電防止剤、抗菌剤、紫外線吸収剤、光安定剤、熱安定剤、遮光剤、艶消剤等を含んでいてもよく、特に艶消剤として酸化チタン、安定剤としての酸化防止剤は好ましく添加され、酸化チタンとしては、平均粒径が0.01～2 μmの酸化チタンを、最終的に得られるポリエステル組成物中に0.01～10重量%含有させるように添加することが好ましい。

【0055】

また、酸化防止剤としては、ヒンダードフェノール系の酸化防止剤が好ましいが、ヒンダードフェノール系酸化防止剤の添加量は1重量%以下であることが好ましい。1重量%を越えると製糸時のスカムの原因となり得る他、1重量%を越えて添加しても溶融安定性向上の効果が飽和してしまう為好ましくない。ヒンダ

ードフェノール系酸化防止剤の添加量は0.005～0.5重量%の範囲が更に好ましい。またこれらヒンダードフェノール系酸化防止とチオエーテル系二次酸化防止剤を併用して用いることも好ましく実施される。

【0056】

該酸化防止剤のポリエステルへの添加方法は特に制限はないが、好ましくはエステル交換反応、またはエステル化反応終了後、重合反応が完了するまでの間の任意の段階で添加する方法が挙げられる。

【0057】

ポリエステルの粘度については特に制限はなく、通常溶融紡糸に供される固有粘度0.5～1.1のものが任意に使用できる。

【0058】

本発明においては、上記ポリエステルを吐出孔を通して溶融吐出するに先立つて、下記式で表わされる相溶性パラメーター χ が0.1～2.0である化合物をポリエステル中に、ポリエステル全重量に対して0.5～5.0重量%含有せしめることが好ましい。これにより、フィン部とコア一部との分離が助長され、さらに大きな嵩高性および風合向上効果が得られる。

$$\chi = (V_a / R T) (\delta a - \delta b)^2$$

上記式において、 V_a はポリエステルのモル容積(cm^3/mol)、 R は気體定数($\text{J}/\text{mol} \cdot \text{K}$)、 T は絶対温度(K)、 δa および δb はそれぞれポリエステルおよび上記化合物の溶解度パラメーター($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$)を表す。

【0059】

ここで、 χ が0.1未満の場合は、ポリエステルと上記化合物が相溶化し、アルカリ減量によるフィン部の分離が起こり難くなる。一方、 χ が2.0を超える場合は、ポリエステルと上記化合物が完全に相分離し、ポリマーが増粘するので、紡糸調子が悪化する。

【0060】

また、ポリエステルへの上記化合物の配合量が0.5重量%未満の場合は、嵩高性向上効果が充分に発現せず、一方、含有量が5.0重量%を超える場合は、

上記化合物が凝集を起こし、やはり嵩高性向上効果が充分に発現しない。

【0061】

上記化合物の具体例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリイソブチレン、ポリスチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロテトラエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリビニルプロピオネート、ポリヘプタフルオロブチルアクリレート、ポリブタジエン、ポリイソプレン、ポリクロロプレン、ポリエチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、ポリトリエチレングリコール、ポリメチルアクリレート、ポリプロピルアクリレート、ポリブチルアクリレート、ポリイソブチルアクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチルメタクリレート、ポリベンジルメタクリレート、ポリエトキシエチルメタクリレート、ポリホルムアルデヒド、ポリエチレンサルファイド、ポリスチレンサルファイドなどのポリマーおよびシリコーン、またはこれらの変性物などが挙げられる。上記化合物は2種以上併用してもよい。

【0062】

上記化合物の平均分子量は、あまり小さ過ぎると、ルーダーや紡糸パック中に滞留した時、熱分解を起こし、一方、あまり大き過ぎると、ポリエステルとの溶融混和性が低下するので、3000～25000であることが好ましい。

【0063】

さらに、上記化合物をポリエステルへ添加混合するに際しては、従来公知の方法、例えば、ポリエステルと上記化合物を溶融混練した後ペレット化する方法、溶融紡糸工程で溶融ポリエステル中に上記化合物をインジェクションブレンドする方法、スタティックミキサーによりブレンドする方法などが任意に採用できる。

【0064】

本発明においては、コア一部形成用吐出孔を通して溶融吐出されたポリエステルに、該吐出孔の周囲に間隔をおいて放射状に配置された複数のフィン部形成用スリット状吐出孔を通して溶融吐出された上記と同一のポリエステルを溶融状態で接合し、これを冷却固化する。

【0065】

具体的には、前述したポリエスチルを、例えば図2Aに示すような、コア一部形成用円形吐出孔5および該円形吐出孔5の周囲に間隔をおいて放射状に配置された複数（図2Aでは4個）のフィン部形成用スリット状吐出孔6を有する口金を介して溶融吐出させ、吐出孔5からの吐出物と吐出孔6からの吐出物を溶融状態で接合した後冷却固化する。

【0066】

紡出されたフィラメントには、必要に応じて延伸や熱処理などを施してもよい。

【0067】

ここで、フィン部の数が1個あるいは7個以上の場合は、アルカリ減量処理により形成されるフィラメント内の空隙が小さくなり、充分な嵩高性を付与することが困難になる。1個のコア部形成用吐出孔の周囲に配設されるフィン部形成用スリット状吐出孔の好ましい個数は3～6個、さらに好ましくは4個である。また、各フィン部の断面積、最大長さおよび最大幅は必ずしも同じである必要はなく、それぞれ異なっていてもよい。さらに、各フィン部はコア一部を中心として等方的に放射状に突き出していることが好ましいが、これに限定されるものではない。

【0068】

本発明においては、コア一部形成用円形吐出孔5およびフィン部形成用スリット状吐出孔6のディメンジョンには特に制限はないが、コア一部の断面積および直径、各フィン部の断面積、最大長さおよび最大幅を前述した3つの式（a）、（b）、（c）で規定される範囲とするためには、コア一部形成用円形吐出孔5の直径を $D' A$ （吐出孔5の断面形状が真円形でない場合、 $D' A$ は吐出孔5の外接円の直径とする。）、フィン部形成用スリット状吐出孔6の最大長さおよび最大幅をそれぞれ $L' B$ および $W' B$ 、吐出面における吐出孔5と6との最短間隔を $L' AB$ とする時、 $D' A$ 、 $L' B$ 、 $W' B$ および $L' AB$ が下記要件（d）～（c）を同時に満足することが好ましい。

$$(d) 1 \leq L' B / D' A \leq 4$$

$$(e) 1 / 7 \leq W' B / D' A \leq 1 / 2$$

(f) $0.01\text{ mm} \leq L'_{AB} \leq 0.2\text{ mm}$

D'_{AB} 、 L'_{AB} 、 W'_{AB} および L'_{AB} が上記範囲から外れる場合には、紡糸調子が悪化したり、口金の摩耗が早くなる場合がある。

また、フィン部形成用スリット状吐出孔は必ずしも一様な矩形である必要はなく、図2Bに示すように、その一部に円弧状のふくらみ部分を有していたり、その幅が連続的に変化していても構わない。

【0069】

一方、ポリエステルを上記2種の吐出孔5、6（または6'）に代えて単一の吐出孔から吐出させることによって、上記のコア一部とフィン部を有するフィラメントを得た場合は、コア一部とフィン部とが一体化しており、且つコア一部とフィン部の配向がほぼ等しくなり、後述の、アルカリ減量処理によるフィン部の分離が困難となる傾向にある。

【0070】

以上に説明した紡糸に際しては、コア一部形成用吐出孔から吐出されるポリマーよりもフィン部形成用スリット状吐出孔から吐出されるポリマーに、より大きなドラフトが掛かるのでフィン部の配向がコア一部の配向よりも高くなる。従って、上記フィラメントにおいては、特にコア一部とフィン部の接合面における分子の絡み合いが少なく、接合面の界面結合力が低いので、アルカリ減量処理を行うことにより、フィン部がコア一部から優勢的に分離し、しかもコア一部とフィン部の配向差に起因する収縮差が発現して、所望の嵩高性とソフトな風合をもつフィラメントを得ることができる。

【0071】

本発明においては、得られたフィラメントをアルカリ減量処理して、フィン部の少なくとも一部をコア一部から分離するが、この分離方法は、フィン部やコア一部の切断による自由突出纖維端（毛羽）の形成を可及的に抑えるために有効である。従来技術にみられるように、高圧の圧空流を利用した流体ノズル処理など、多大のエネルギー移動が起こるような物理的手段を採用して、フィラメントを分割すると、自由突出纖維端が多量に形成されるうえ、フィン部がフィブリル状に開裂されるので、織編物とした時に紡績糸様の外観を呈し、織編物の均整性が

損なわれる。

【0072】

上記アルカリ減量処理は、フィラメント、ヤーンまたは織編物のいずれの状態で実施してもよい。しかしながら、織編物の状態で実施することが望ましい。アルカリ処理条件としては、通常のポリエスチル繊維のアルカリ処理条件がそのまま採用できる。具体的には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムなどの水溶液を用い、濃度は10～100g/l、温度は40～180℃、処理時間は2分～2時間の範囲で適宜設定すればよい。

【0073】

アルカリ減量処理によるフィン部の分離率Sは30%以上であり、且つマルチフィラメント糸表層部に位置するフィラメントのフィン部の分離率Sがマルチフィラメント糸中心部に位置するフィラメントのフィン部の分離率Sよりも大きいことが好ましい。ここで、フィン部の分離率Sは下記式により定義される値である。

$$S (\%) = (\text{分離しているフィン部の数} / \text{フィン部の全数}) \times 100$$

なお、マルチフィラメント糸の表層部に位置するフィラメントとは上記マルチローバルフィラメント全数のうち、マルチフィラメント糸の断面においてマルチフィラメント糸の仮想外接円からの距離が近いものから30%の範囲のものをいう。また、マルチフィラメント糸の中心部に位置するフィラメントとは、上記と同様に、仮想外接円の中心からの距離が近いものから30%の範囲のものをいう。

【0074】

このようなアルカリ減量より、図3に示すようにフィン部がコア一部から分離しているフィラメントが得られる。図3は、本発明により得られるポリエスチルフィラメント糸の一例を側面から見た部分拡大図であり、4はフィラメント糸、1はコア一部、2、3はコア一部から放射状に突出したフィン部の大部分がコア一部から分離されている状態を表わす。

【0075】

図3に例示する本発明のポリエスチルフィラメント糸4において、コア一部1

の長さ方向に沿ってコア一部1に接合されて、コア一部1から放射状に突出していたフィン部2、3は、アルカリ減量処理によりコア一部1から分離され、独立フィラメントのようになっている。

【0076】

上記フィン部は、図3のフィン部2のように、フィラメントの長さ全体に亘って連続してコア一部1から分離されて、該フィン部が独立したフィラメントのように挙動できることが好ましい。しかしながら、必ずしも全てのフィン部がフィラメントの全長に亘って分離している必要はなく、フィン部3のように、コア一部と結合した部分が存在していても構わない。

【0077】

フィン部がコア一部1から分離されると、例えば、織編物においては、隣り合うコア間に充分な空隙が付与されるので織編物の嵩高性が良好となる（図1に例示するフィラメントは1個のコア一部に対し4個のフィン部を有するが、図3では1個のコア一部1に対し2個のフィン部2、3のみが例示されている）。

【0078】

上記ポリエステルフィラメントは、該フィラメント同士、または他のフィラメントと混纖・交絡してマルチフィラメントとした後、織編物となし、しかる後アルカリ減量処理することが好ましい。フィラメントを混纖・交絡してマルチフィラメント糸とするには、引揃え、合撫、空気交絡など従来公知の方法が任意に採用できる。

【0079】

【実施例】

以下、本発明を実施例についてさらに具体的に説明する。なお、実施例において各物性は下記の方法により測定した。

（1）固有粘度

ポリエステルの固有粘度は、35℃オルソクロロフェノール溶液にて、常法に従って35℃において測定した粘度の値から求めた。

（2）ポリエステル中のチタン、リン含有量

エステルサンプルをアルミ板上で加熱溶融した後、圧縮プレス機で平面を有す

る成型体に形成し、蛍光X線測定装置（理学電機工業株式会社製3270型）に供して、定量分析した。

ただし、艶消し剤として酸化チタンを添加したポリマー中のチタン原子濃度については、サンプルをヘキサフルオロイソプロパノールに溶解し、遠心分離機で前記溶液から酸化チタン粒子を沈降させ、傾斜法により上澄み液のみを回収し、溶剤を蒸発させて供試サンプルを調整し、このサンプルについて測定した。

【0080】

(3) ジエチレングリコール (DEG) 量

抱水ヒドラジンを用いてポリマーを分解し、ガスクロマトグラフィー（株式会社日立製作所製「263-70」）を用い、常法に従って測定した。

(4) フィラメントの断面形状

アルカリ減量前のフィラメントの断面を3000倍で撮影した写真観察より、コア部の断面積 (S_A) および直径 (D_A) 、フィン部の断面積 (S_B) 、最大長さおよび最大幅 (W_B) を求めた。

(5) 紡糸調子

連続8時間の溶融紡糸を行い、全く断糸のない場合をA、单糸切れ（毛羽）が発生した場合をB、断糸が発生した場合をCとした。

(6) フィン部の分離率S

アルカリ減量処理後のフィラメントを1000倍で撮影した写真観察より、分離しているフィン部の数を求め、下記式によりマルチフィラメント表層部および中心部のフィン部の分離率S (%) を算出した。

$$S (\%) = (\text{分離しているフィン部の数} / \text{フィン部の全数}) \times 100$$

【0081】

(7) 織縞物の風合

織縞物の嵩高性、ソフト感およびドレープ性を総合的にA（極めて良好）～E（不良）の5段階で官能判定した。

(8) 相溶性パラメーター χ

各種溶媒への溶解度から、ポリエステルおよび該ポリエステルとミクロに相分離する化合物の溶解度パラメーター δa 、 δb を求め、次式により算出した。

$$\chi = (V_a / R T) (\delta a - \delta b)^2$$

上記式において、 V_a はポリエステルのモル容積 (cm^3/mol)、 R は気体定数 ($\text{J}/\text{mol} \cdot \text{K}$)、 T は絶対温度 (K)、 δa および δb はそれぞれポリエステルおよび化合物の溶解度パラメーター ($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$) を表わす。

(9) 口金異物高さ

各実施例に示す方法、条件で溶融紡糸を行った後、紡糸口金表面に離型剤を吹き付けて、吐出ポリマーが付着しないようにして、紡糸口金を取り外し、顕微鏡にて吐出孔周辺に付着・堆積した口金異物の高さを測定した。全ての吐出孔について口金異物の高さを測定し、それらの平均値で表した。

【0082】

[実施例 1～9]

テレフタル酸ジメチル 100 部とエチレングリコール 70 部との混合物に、テトラ-n-ブチルチタネート (TBT) 0.009 部を加圧反応が可能なステンレス製容器に仕込み、0.07 MPa の加圧を行い 140℃ から 240℃ に昇温しながらエステル交換反応させた後、トリエチルホスホノアセテート (TEPA) 0.035 部を添加し、エステル交換反応を終了させた。

【0083】

その後、反応生成物を重合容器に移し、290℃ まで昇温し、26.67 Pa 以下の高真空中にて重縮合反応を行って、固有粘度 0.63、ジエチレングリコール量が 1.5% であるポリエチレンテレフタレートを得た。さらに得られたポリエチレンテレフタレートを常法に従いチップ化した。

【0084】

このポリエチレンテレフタレートチップを、図 2B に示す形状を有する吐出孔を 24 組備えた紡糸口金から 275℃ で溶融吐出し、吐出されたコア一部とフィン部を接合させながら、横吹紡糸筒内で冷却して 1000 m/分の速度で巻き取った。

【0085】

次いで、巻取ったフィラメント糸を、温度 90℃ のホットローラーと温度 150℃ のスリットヒーターを備えた延伸機を用いて、倍率 2.55 倍で延伸熱処理

し、60d tex/24fのフィラメント糸を得た。

【0086】

得られたフィラメント糸を20ゲージの筒編地となし、該筒編地を濃度40g/1の水酸化ナトリウム水溶液中で20分間煮沸処理し、アルカリ減量処理を行った。

【0087】

表1に各実施例の紡糸調子、口金異物高さ、織物風合い等を示す。

【0088】

[比較例1、2]

テレフタル酸ジメチル100部とエチレン glycole 70部との混合物に、酢酸カルシウム一水和物0.064重量部を加圧反応が可能なステンレス製容器に仕込み、0.07MPaの加圧を行い140℃から240℃に昇温しながらエステル交換反応させた後、56重量%濃度のリン酸水溶液0.044重量部を添加し、エステル交換反応を終了させた。

【0089】

その後、反応生成物を重合容器に移し、三酸化二アンチモンを表に示す量を添加して290℃まで昇温し、(26.67Pa)以下の高真空にて重縮合反応を行ってポリエチレンテレフタレートを得た。さらに、得られたポリエチレンテレフタレートを常法に従いチップ化した。

【0090】

上記ポリエチレンテレフタレートチップを用いたこと以外は、実施例3および6と同様にしてフィラメント糸を作成し、それらを比較例1および2とした。表1に各実施例の紡糸調子、口金異物高さ、織物風合い等を示す。

【0091】

[比較例3]

実施例3にて口金の仕様を変更して、表1に示すSB/SA、LB/DA、WB/DAに変更してフィラメント糸を作成した。表1に紡糸調子、口金異物高さ、織物風合い等を示す。

【0092】

【表1】

化合物	Ti化合物		P化合物		Sb化合物		P/Ti Ti+P X 含有量 (mmol%)	添加量 [wt%]	Sb/S _A L _B /D _A の数	W _B /D _A 纖維 綫子 高さ [μm]	W _B /D _A 纖維 綫子 高さ [μm]	フィン部の分離率 [%]	織物の 風合い [%]	
	種類 (mmol%)	含有量 (mmol%)	種類 (mmol%)	含有量 (mmol%)	種類 (mmol%)	含有量 (mmol%)								
実施例1 PEG	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 0.08	3.0	4	1/4	1.0	1/5 A	10	63 40 B
実施例2 PEG	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 0.08	3.0	6	1/4	0.8	1/5 A	8	67 46 A
実施例3 C ₁₆ H ₃₁ 基グラフト PEG	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 0.25	3.0	4	1/4	1.0	1/5 A	10	71 52 A
実施例4 PE(30)-PMMA(70) 共重合体 *	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 0.33	3.0	4	1/4	1.0	1/5 A	12	77 61 A
実施例5 PE(90)-PMMA(10) 共重合体 *	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 1.3	3.0	4	1/4	1.0	1/5 A	11	86 67 A
実施例6 PE	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 2.2	3.0	4	1/4	1.0	1/5 A	14	71 53 B
実施例7 PMMA	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 2.3	3.0	4	1/4	1.0	1/6 A	22	70 52 B
実施例8 C ₁₆ H ₃₁ 基グラフト PEG	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 0.25	0.3	4	1/4	1.0	1/5 A	16	66 43 B
実施例9 C ₁₆ H ₃₁ 基グラフト PEG	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 0.25	4.0	4	1/3	1.5	1/4 A	16	80 59 A
比較例1 C ₁₆ H ₃₁ 基グラフト PEG	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	57	71 52 A
比較例2 PE	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	65	73 52 B
比較例3 C ₁₆ H ₃₁ 基グラフト PEG	TBT	5 TEPA	30	—	—	6	35 0.25	3.0	4	1/2	1.2	1/3 A	15	33 20 E

PEG:ポリエチレングリコール

PE:ポリエチレン

PMMA:ポリメチルメタクリレート

*共重合比はモル比

【0093】

[実施例10、11]

実施例10においては、実施例3で得たフィラメント糸Aと、ポリエチレンテレフタレートチップを、扁平吐出孔 ($L/D = 5$) を18組備えた口金から、溶融吐出し1500m/分で巻き取った後、予熱温度90°C、倍率2.7倍にて延伸し、40d tex/18fとしたフィラメント糸Bとを圧空圧1.5kg/cm²、オーバーフィード率1.5%でインターレースノズルにより、交絡を施して、混織マルチフィラメント糸を作製した。

【0094】

上記混織フィラメント糸を用いて、S300T/Mの撚糸を施したものを、経糸・緯糸に用いて羽二重織物を織成した。リラックス処理後、熱セットし、さらに20%アルカリ減量処理を施した。フィラメント糸A、フィラメント糸Bの収縮率と混織比率および得られた織物におけるフィン部の分離率と織物の風合を表2に示す。

【0095】

実施例11においては、艶消剤として0.05重量%の酸化チタンを含む、固有粘度0.64のポリエチレンテレフタレートチップを、図2Bに示す形状を有する吐出孔を24組備えた紡糸口金から275°Cで溶融吐出し、吐出されたコア一部とフィン部を接合させながら、横吹紡糸筒内で冷却して2500m/分で巻き取り、予熱温度90°C、倍率1.8で延伸した後、非接触ヒーター150°C、オーバーフィード率2%にて弛緩熱処理を行って、60d tex/24fのフィラメント糸Aを得た。

【0096】

また、ポリエチレンテレフタレートチップを、丸形吐出孔を18個もつ口金から、溶融吐出し1500m/分で巻き取った後、予熱温度90°C、延伸倍率3.0倍にて延伸し40d tex/18fのマルチフィラメントBを得た。

【0097】

上記フィラメント糸Aおよびフィラメント糸Bを用い、実施例10と同様の方法で混織、製織し、アルカリ減量処理を施した。

【0098】

実施例10、11において得られたフィラメント糸Aおよびフィラメント糸Bの収縮率と混織比率および得られた織物におけるフィン部の分離率と織物の風合を表2に示す。

【0099】

【表2】

	マルチフィラメントA			マルチフィラメントB			織物の風合い
	沸水収縮率 [%]	乾熱収縮率 [%]	混織比率 [%] A/A+B[%]	沸水収縮率 [%]	フィン部の分離率 表層部 [%]	中心部 [%]	
実施例10	8.3	0.6	60	15.6	50	50	B
実施例11	6.1	-4.0	54	16.1	56	39	A

【0100】

【発明の効果】

本発明によれば、嵩高で柔らかい風合いを呈し、均整性な外観を有する織編物が得られるポリエスチルフィラメント糸を安定して製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明より得られたアルカリ減量処理前のフィラメントの一例を示す断面図である。

【図 2】

本発明で使用する紡糸口金の吐出孔の一例を示す平面図である。

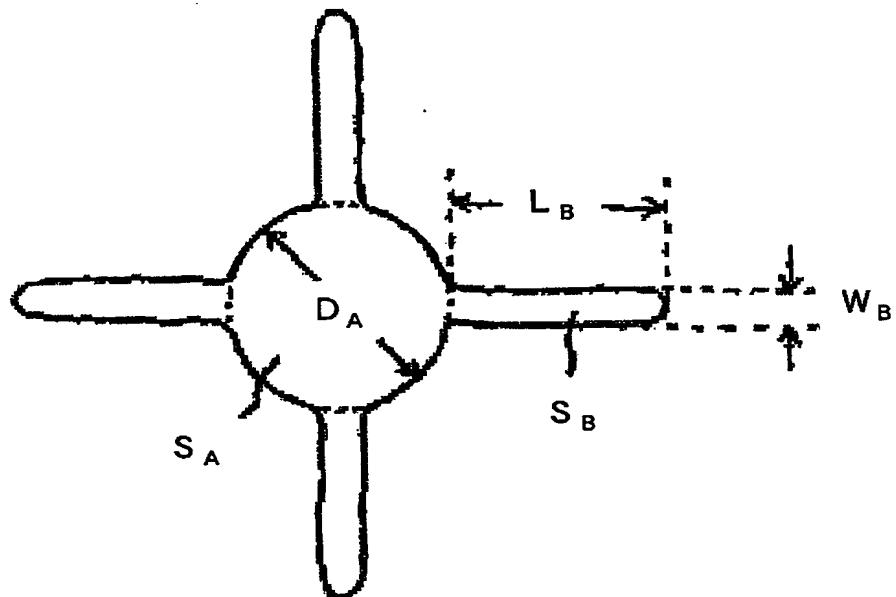
【図 3】

本発明により得られたフィラメントの一例を示す側面図である。

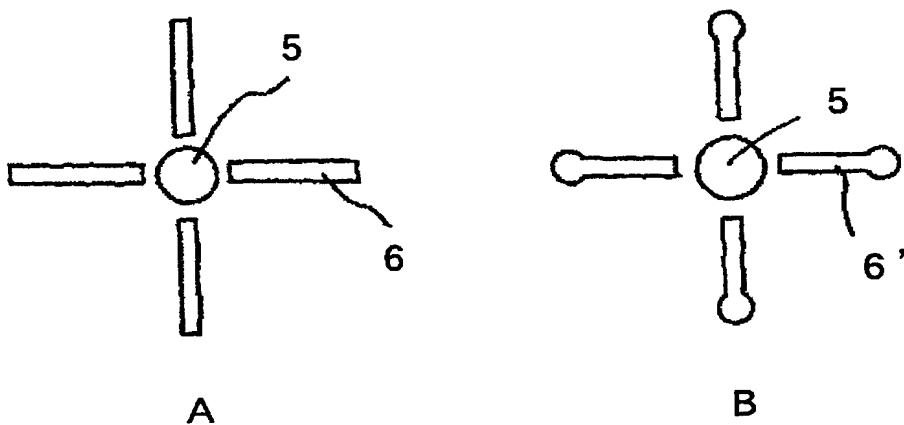
【書類名】

図面

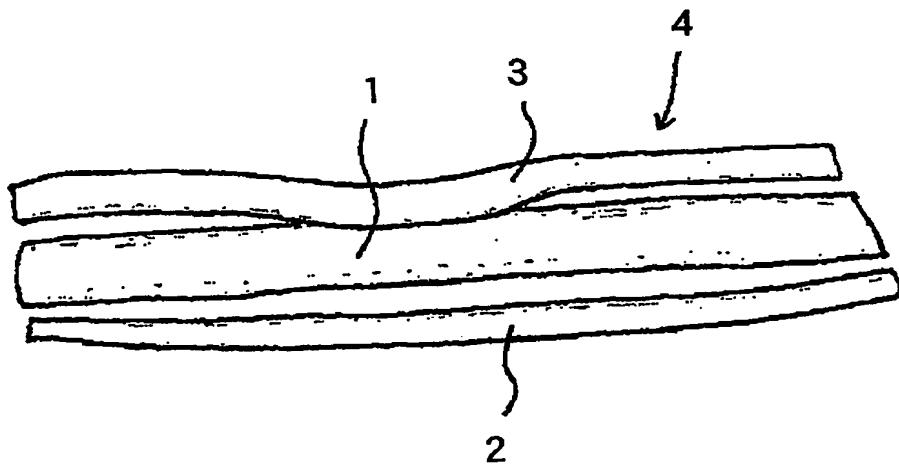
【図1】



【図2】



【図3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 嵩高で柔らかい風合いを呈し、均整性な外観を有する織編物が得られるポリエステルフィラメント糸を安定して製造する方法を提供する。

【解決手段】 コア一部形成用吐出孔を通して溶融吐出されたポリエステルに、該吐出孔の周囲に間隔をおいて放射状に配置された複数のフィン部形成用スリット状吐出孔を通して溶融吐出された上記と同一のポリエステルを溶融状態で接合し、冷却固化して、コア一部と、該コア一部の長さ方向に沿ってコア一部から放射状に突出した複数のフィン部とからなり、且つ、 S_B/S_A が $1/20 \sim 1/3$ 、 L_B/D_A が $0.6 \sim 3.0$ 、 W_B/D_A が $1/4$ 以下であるポリエステルフィラメントを得た後、該フィラメントをアルカリ減量処理して、フィン部の少くとも一部をコア一部から分離するに際し、該ポリエステルに、特定のチタン化合物成分とリン化合物とを含む触媒の存在下に芳香族ジカルボキシレートエステルを重縮合して得られるポリエステルを用いる。但し、 S_A はコア一部の断面積、 D_A はコア一部の断面が真円のときはその直径また真円でないときはその外接円直径を表わし、また S_B 、 L_B および W_B はそれぞれフィン部の断面積、最大長さおよび最大幅を表わす。

【選択図】 なし

特願 2003-066409

出願人履歴情報

識別番号 [000003001]

1. 変更年月日 1990年 8月28日

[変更理由] 新規登録

住所 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
氏名 帝人株式会社